

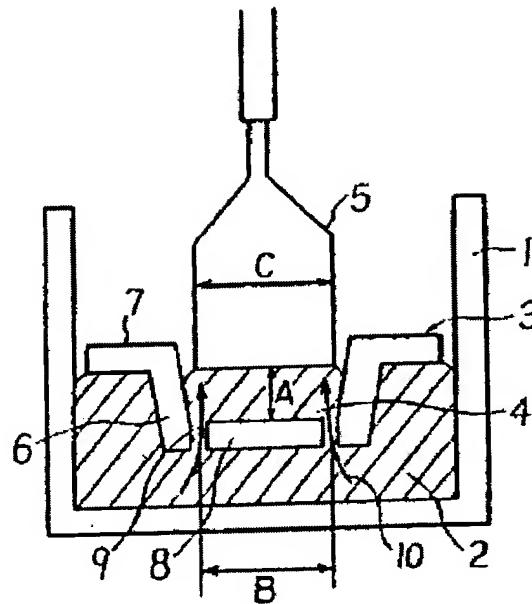
## GROWTH OF SINGLE CRYSTAL

**Patent number:** JP1294592  
**Publication date:** 1989-11-28  
**Inventor:** SAWADA SHINICHI; others: 01  
**Applicant:** SUMITOMO ELECTRIC IND LTD  
**Classification:**  
 - **international:** C30B15/12  
 - **European:**  
**Application number:** JP19880123977 19880523  
**Priority number(s):**

## Abstract of JP1294592

**PURPOSE:** To grow a high-quality single crystal of little crystal defect by floating a specific coracle on a raw melt in a crucible and a single crystal is pulled from said melt to make the solid/liquid interface shape for the pulling crystal flat or convex.

**CONSTITUTION:** A coracle 9 is immersed in a raw melt 2 in a crucible 1, and a single crystal 5 is pulled while keeping the coracle 9 so as to satisfy the relationship:  $(1/15)B \leq A \leq (1/2)B$  for the depth A of the raw melt 4 within the coracle 9 (where B is the diameter of the bottom of the coracle 9). Said coracle has the following characteristics: (1) fitted with an annular plate 7 covering the melt 4 around the upper end, (2) the diameter B of the bottom and the diameter C of the pulling crystal 5 satisfy the relationship:  $(1/2)C \leq B \leq (3/4)C$ , and (3) at the lower end bottom 8, one or more small openings 10 are provided on the circumference of the bottom.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開  
 ⑫ 公開特許公報 (A) 平1-294592

⑥Int.Cl.<sup>4</sup>  
 C 30 B 15/12  
 // H 01 L 21/208

識別記号 庁内整理番号  
 8618-4G  
 P-7630-5F

⑪公開 平成1年(1989)11月28日  
 番査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑬発明の名称 単結晶の育成方法

⑫特 願 昭63-123977  
 ⑬出 願 昭63(1988)5月23日

⑭発明者 澤田 真一 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内  
 ⑭発明者 龍見 雅美 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内  
 ⑭出願人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地  
 ⑭代理人 弁理士 内田 明 外3名

明細書

1. 発明の名称

単結晶の育成方法

2. 特許請求の範囲

逆円錐形の側壁を有するコラクルをるつぼ内原料融液中に浸漬させ、コラクル内原料融液から単結晶を引き上げる単結晶の育成方法において、引上結晶の直胴部の直径Cに対して、

$$(1/2)C \leq B \leq (3/4)C$$

の関係を満たすコラクル底部の直径Bの円周上に、1つ以上の小開口出口をもうけたコラクルを用い、コラクル内の原料融液深さAについては、

$$(1/15)B \leq A \leq (1/2)B$$

の関係を満たすように、コラクルを維持しながら単結晶を引き上げることを特徴とする単結晶の育成方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、GaAs, InP等のⅢ-V族化合物半導

体、CdTe等のⅡ-VI族化合物半導体、Si, Ge等の半導体、LiNbO<sub>3</sub>、Bi<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>等の酸化物単結晶をチョクラルスキー法で育成する方法に関する。(従来の技術)

第4図はコラクルを用いた従来の単結晶の育成方法(特開昭62-288193号公報)の説明図である。この方法は、るつぼ1に収容した原料融液2の中に逆円錐形のコラクル1-3を浸漬させ、該コラクルの先端の小開口1-4より、原料融液4を流入させ、単結晶5を引き上げるもので、るつぼに対するコラクルの相対移動速度を変化させて、各工程毎に適した過冷却領域を確保することにより、デンドライド成長を含まない良質な単結晶を製造しようとするものである。その際、コラクル内原料融液表面はるつぼ内原料融液表面より8mm以上低く維持されている。

(発明が解決しようとする課題)

上記の方法では第3図の矢印1-5のように、唯一の小開口1-4よりコラクル内に熱い原料融液が導入され、成長結晶5の中心部に当たって

(2)

から周囲に広がるため、固液界面は上に凸化し易く、多結晶化や高軸位化などの結晶欠陥を発生させることになる。なお、小開口の断面積を小さくして、コラクル内の原料融液の対流を抑制することも考えられるが、流入抵抗が大きくなり、特に、直徑の大きな単結晶を引き上げようとするときには、原料融液の流入が追いつかなくなる。

他方、原料融液に浸漬するコラクルの傾斜側面の融液表面近くに、小開口を複数設けることにより、該小開口から原料融液を流入させ、コラクル下端の小開口から流出させて、半径方向の温度分布を平坦化させようとする装置が、特願昭61-290549号公報に記載されているが、固液界面の外周部近くに原料融液流入用の小開口があるため、その近傍の原料融液の温度が変動し易く、安定した結晶成長を行うことが難しい。

本発明は、上記の欠点を解消し、固液界面を常時平坦若しくは下に僅かに凸にして安定した結晶成長を可能とする単結晶の育成方法を提供

ラクル3を浸漬し、コラクル内に導入された原料融液4から単結晶5を引き上げるもので、コラクル3は、逆円錐部6の上端周囲に原料融液を覆う環状板7が設けてあり、下端底部8には原料融液を導入する小開口9が複数設けられている。その際、引上結晶の直脚部の直徑Cに対して、

$$(1/2)C \leq B \leq (3/4)C$$

の関係を満たすコラクル底部の直徑Bの円周上に、小開口9の出口を設けることにより、原料融液の流れを、図中の矢印10のように、まず引上結晶の周囲に当て、それから中心に向かわせることにより、コラクルの逆傾斜部の冷却を回避して、固液界面の周囲温度を上昇させる。

また、コラクル内の原料融液深さAについては、

$$(1/15)B \leq A \leq (1/2)B$$

の関係を満たすようにして、原料融液深さAを制限することにより、固液界面の中心部の熱をコラクルを介して雰囲気ガス中に放散させ、該中心部の温度を相対的に低下させる。その結果、

しようとするものである。

(課題を解決するための手段)

本発明は、逆円錐形の側壁を有するコラクルをるつぼ内原料融液中に浸漬させ、コラクル内原料融液から単結晶を引き上げる単結晶の育成方法において、引上結晶の直脚部の直徑Cに対して、

$$(1/2)C \leq B \leq (3/4)C$$

の関係を満たすコラクル底部の直徑Bの円周上に、1つ以上の小開口出口をもうけたコラクルを用い、コラクル内の原料融液深さAについてには、

$$(1/15)B \leq A \leq (1/2)B$$

の関係を満たすように、コラクルを維持しながら単結晶を引き上げることを特徴とする単結晶の育成方法である。

(作用)

第1図は、本発明を実施するための単結晶製造装置の説明図である。この方法は、るつぼ1に原料融液2を収容し、その中に逆円錐形のコ

ラクル3を浸漬し、コラクル内に導入された原料融液4から単結晶5を引き上げるもので、コラクル3は、逆円錐部6の上端周囲に原料融液を覆う環状板7が設けてあり、下端底部8には原料融液を導入する小開口9が複数設けられている。その際、引上結晶の直脚部の直徑Cに対して、

コラクル内原料融液の半径方向の温度分布を平坦化若しくは中心部の温度が若干低い温度分布とすることができ、固液界面の形状を平坦化若しくは下に凸化することができるようになった。

なお、コラクルの材質は、石英、pBN、BN、カーボン、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、AlN、SiC、マグネシア、ジルコニア、ペリリヤ、SiI、Mo、Ti、Ta及びこれらの複合体などを用いることができる。

第2図は、本発明で使用する別のコラクルの断面図であり、コラクル11内の原料融液深さAを小さく、小開口の入口から融液表面までの距離Dを大きくとるために、コラクルの底12を厚くしたものである。

(実施例)

第1図の装置を用いてGaAs単結晶を育成した。コラクルは、傾斜角45°で高さが20mmの逆円錐部と、該逆円錐部上端に接続する、外径が145mm、内径が80mmの環状板と、内径が40mmの底面を有し、肉厚5mmのBN製であり、該底面の直徑Bが40mmの円周上に直徑5mmの小開口を3つ設けた

ものを用いた。そして、直徑150mmのpBN製のるっぽには、GaAs原料を4kgチャージして、加熱溶融した後、上記のコラクルを浮かべたところ、コラクル内の原料融液の深さAは15mmであった。次いで、引上速度を10mm/hrとして直徑Cが75mmのGaAs単結晶を引き上げたところ、平坦な固液界面を維持しながら、安定して引き上げることができた。得られた単結晶は、単結晶化率が95%以上であった。

比較のために、第3図のコラクルを用いて、上記の実施例と同様にGaAs単結晶を引き上げた。このコラクルは内径100mmの円筒部と、先端に直徑4mmの小開口を有し、傾斜角30°の逆円錐部を有するものである。引き上げ操作は、引上結晶の直徑が50mmまでは比較的安定して引き上げることができたが、固液界面の形状は中央部に凹化がみられ、多結晶が一部発生していた。また、引上結晶の直徑を75mmにしようとするとき、直徑の急激な減少や切断が発生した。

(発明の効果)

(3)

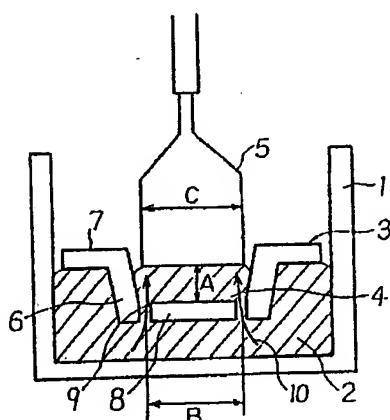
本発明は上記の構成を採用することにより、原料融液をコラクルの傾斜側面に沿って流入させ、固液界面の周囲より中央に向かって流すようにして、コラクル内の半径方向の原料融液温度分布を平準化させ若しくは中心部の温度を下げ、引上結晶の固液界面の形状を平坦若しくは下に凸にすることができ、引上結晶の形状制御を容易にし、結晶欠陥の少ない高品質な単結晶を安定して育成することができるようになった。

#### 4. 図面の簡単な説明

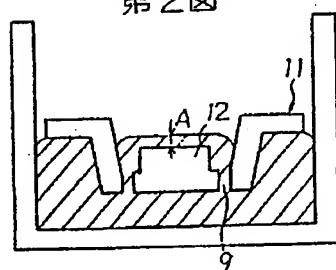
第1図は本発明を実施するための単結晶育成装置の1具体例を示したもので、熱の流れを説明するための説明図、第2図は本発明の他のコラクルの断面図、第3図は従来の単結晶育成装置における熱の流れを説明するための説明図である。

代理人(弁理士) 内田亮一  
代理人(弁理士) 萩原安西  
代理人(弁理士) 安原利夫  
代理人(弁理士) 幸利子

第1図



第2図



第3図

